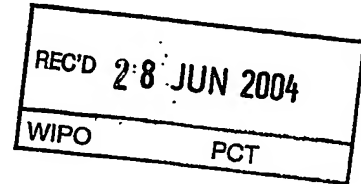


BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

PRIORITY DOCUMENT

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)



Prioritätsbescheinigung über die Einreichung einer Patentanmeldung

Aktenzeichen: 103 25 539.7

Anmeldetag: 04. Juni 2003

Anmelder/Inhaber: Heraeus Tenevo AG,
63450 Hanau/DE

Bezeichnung: Quarzglas-Zylinder für die Herstellung eines
optischen Bauteils sowie Verfahren für seine
Herstellung

IPC: C 03 B 37/012

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 21. Mai 2004
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

Ebert

Patentanmeldung**Heraeus Tenevo AG****Quarzglas-Zylinder für die Herstellung eines optischen Bauteils
sowie Verfahren für seine Herstellung**

5

Die Erfindung betrifft einen Quarzglas-Zylinder für die Herstellung eines optischen Bauteils, der eine Innenbohrung aufweist, welche mechanisch auf Endmaß bearbeitet und infolge einer der mechanischen Bearbeitung folgenden Ätzbehandlung mit einer Ätzstruktur versehen ist.

10

Weiterhin betrifft die Erfindung ein Verfahren zur Herstellung eines eine Innenbohrung aufweisenden Quarzglas-Zylinders, indem die Innenbohrung des Quarzglas-Zylinders mechanisch auf Endmaß bearbeitet und anschließend einer Ätzbehandlung unterzogen wird.

15

Derartige Quarzglas-Zylinder dienen zur Herstellung optischer Fasern und von Vorformen für optische Fasern. Sie werden als sogenannte „Jacketrohre“ eingesetzt, um Kernstäbe mit Mantelglas zu überfangen. Das Überfangen kann durch Kollabieren und Elongieren einer coaxialen Anordnung des Quarzglas-Hohlzylinders, in dessen Innenbohrung der Kernstab eingesetzt ist, erfolgen. Auf diese Art und Weise werden Vorformen hergestellt, aus denen anschließend optische Fasern gezogen werden. Es ist auch bekannt, den Hohlzylinder während des Faserziehens auf einen Kernstab zu kollabieren, wobei das letztgenannte Verfahren als „ODD-Verfahren“ (Overclad-During-Drawing) bezeichnet wird.

20

Ein Quarzglas-Zylinder und ein Verfahren für seine Herstellung gemäß der eingangs genannten Gattung sind aus der DE 102 14 029 A1 bekannt. Bei dem darin beschriebenen Verfahren wird ein Rohr aus synthetischem Quarzglas hergestellt, indem durch Flammenhydrolyse von SiCl_4 ein Sootkörper erzeugt, dieser zu einem Quarzglashohlzylinder verglast und der Quarzglasblock anschließend mittels eines Kernbohrers bearbeitet wird. Zwecks einer präzisen Endbearbeitung des so erhaltenen Rohres wird vorgeschlagen, dessen Innenwandung mittels einer Hon-

25

30

maschine nachzubearbeiten und abschließend unter Einsatz eines Schleifmittels der Feinheitstufe # 800 zu honen. Um Oberflächenspannungen abzubauen und um Beschädigungen durch die Oberflächenbearbeitung zu entfernen, wird das bearbeitete Rohr in Flußsäure geätzt.

- 5 Parallel dazu wird ein sogenannter Kernstab hergestellt, der aus Kernglas aus germaniumdotiertem SiO_2 besteht und der von einem Mantelglas aus undotierten SiO_2 umgeben ist.

10 Zur Herstellung einer optischen Faser wird der Kernglasstab in die Innenbohrung des Quarzglas-Hohlzylinders eingesetzt und darin unter Bildung einer coaxialen Anordnung fixiert. Diese Anordnung wird mit ihrem unteren Ende beginnend von oben einem elektrisch beheizten Faserziehofen mit einer vorgegebenen Vorschubgeschwindigkeit zugeführt und darin auf eine Temperatur um 2180°C erhitzt und dabei zonenweise erweicht. Aus dem erweichten Bereich wird eine optische Faser mit einem Außendurchmesser von $125\text{ }\mu\text{m}$ abgezogen. Infolge der plasti-

15 schen Verformung im Ofen schließt sich der Ringspalt zwischen dem Kernstab und dem Quarzglas-Hohlzylinder, wobei in dem Spalt ein Unterdruck aufrechterhalten wird.

20 In der EP-A 598 349 ist ein dickwandiger Quarzglas-Zylinder zur Herstellung einer großvolumigen Vorform für optische Fasern beschrieben. Der dickwandige Zylinder wird beim Elongieren auf einen Kernstab aufkollabiert. Dieses Verfahren ist unter der Bezeichnung „RIC-Verfahren“ (Rod In Cylinder) bekannt. Zur Herstellung des Quarzglas-Zylinders werden mehrere Verfahrensweisen vorgeschlagen. Die erste Verfahrensweise besteht aus zwei Schritten. Im ersten Verfahrensschritt wird ein zylindrischer Quarzglas-Rohling bereitgestellt. Im zweiten Schritt wird der

25 Rohling zur Bildung einer Mittenbohrung entweder unter Einsatz eines Kernbohrers mechanisch aufgebohrt oder er wird einem Heißstauchverfahren unterworfen, um eine Bohrung zu erzeugen. Bei der zweiten Verfahrensweise wird poröser Kiesel säure-Soot auf einem hitzebeständigen Substratrohr abgeschieden, dieses anschließend entfernt, und der das so erhaltene Sootrohr entwässert und verglast.

30 Es hat sich gezeigt, dass die nach den bekannten Verfahren hergestellten Vorformen häufig Blasen an der Grenzfläche zwischen Kernstab und Hohlzylinder

aufweisen, und dass die Qualität der aus solchen Vorformen gezogenen Fasern häufig ebenfalls unzureichend ist. Besonderes Augenmerk wird dabei auf langgezogene Blasen entlang der Grenzfläche zwischen Kern und Mantel gerichtet, die zu einer geringen Faserfestigkeit und insbesondere zu Problemen beim Spleißen der Fasern führen können.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, einen Quarzglas-Zylinder bereitzustellen, der beim Einsatz zur Herstellung von Vorformen und optischen Fasern die oben genannten Nachteile vermeidet. Weiterhin liegt der Erfindung die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Herstellung eines derartigen Quarzglas-Zylinder anzugeben.

Hinsichtlich des Quarzglas-Zylinders wird diese Aufgabe ausgehend von dem eingangs genannten Quarzglas-Zylinder erfindungsgemäß dadurch gelöst, dass die Ätzstruktur Risse aufweist, deren Tiefe maximal 2,0 mm und deren Breite maximal 100 µm betragen.

Durch mechanische Bearbeitung (insbesondere durch Bohren, Honen und Schleifen) unter Einsatz bekannter Hon- und Schleifverfahren und dafür geeigneter handelsüblicher Vorrichtungen ist es möglich, einen Quarzglas-Hohlzylinder mit einem Außendurchmesser von mehr als 100 mm und einer Länge von 2 m und mehr herzustellen, der sich durch eine exakte Zylindersymmetrie mit genauem kreisförmigem Querschnitt und einer geringen Maßabweichung im Bereich von 1/100 mm auszeichnet.

Bisher ist man davon ausgegangen, dass neben der exakten Maßhaltigkeit und Zylindersymmetrie die Oberflächenrauigkeit des mechanisch bearbeiteten Hohlzylinders ein entscheidendes Qualitätskriterium für die Eignung des Zylinders für seinen Einsatz zur Ummantelung eines Kernstabes in einem RIC-Verfahren ist. Dies ergibt sich beispielsweise aus der eingangs genannten EP 0 598 349 A1, wo die Qualität der mechanisch bearbeiteten Innenoberfläche des Quarzglas-Hohlzylinder mit Hilfe von Rauigkeitsdaten definiert wird.

Es zeigte sich jedoch, dass Vorformen und Fasern, die unter Einsatz von Quarzglas-Zylindern mit mechanisch bearbeiteter Innenbohrung erhalten wurden, häufig Blasen an der Grenzfläche zum Kernstabmaterial aufwiesen, und zwar auch dann,

wenn Quarzglas-Zylinder mit sehr glatter und sorgfältig bearbeiteter Innenoberfläche eingesetzt wurden. Eine eindeutige Korrelation zwischen der Rauigkeit der Innenbohrung des Hohlzylinders und der Qualität der erhaltenen Grenzfläche in einer nach dem RIC-Verfahren erhaltenen Vorform oder der Qualität der daraus gezogenen Faser konnte nicht festgestellt werden. Probleme traten insbesondere beim Einsatz besonders dickwandiger Quarzglas-Zylinder mit Außendurchmessern von mehr als 100 mm auf.

Oberflächenrauigkeiten werden üblicherweise anhand von Messmethoden bestimmt, bei denen eine Nadel eines Oberflächenrauigkeitsmessgeräts eine vorgegebene Strecke über der zu messenden Oberfläche abfährt und dabei ein Oberflächenprofil aufzeichnet. Eingehende Untersuchungen haben gezeigt, dass aufgrund der mechanischen Bearbeitung des Hohlzylinders im oberflächennahen Bereich Risse (subkutane Risse) entstehen, die normalerweise geschlossen sind und die daher durch die üblichen Methoden der Rauigkeitsmessung nicht erfasst werden.

Es wurde nunmehr gefunden, dass die Tiefe solcher Risse auch dann überraschend groß sein kann, wenn die jeweils durch den vorherigen Abtragprozess erzeugte Schädigungsschicht durch nachfolgende Bearbeitungsstufen sukzessive verkleinert worden ist und bei den letzten Bearbeitungsstufen nur noch geringe Kräfte auf die Oberfläche einwirken, so dass ein geringer Abtrag erhalten wird. Trotzdem wären diese Risse vermutlich unschädlich, da sie geschlossen sind und daher beim Kollabieren des Quarzglas-Zylinders auf den Kernstab verschmelzen und dabei vollständig verschwinden würden.

Dies trifft allerdings nicht mehr zu, wenn die Quarzglas-Hohlzylinder unmittelbar vor ihrem Einsatz dem üblichen Reinigungsprozess in einer Ätzlösung unterworfen werden. Bei diesem Ätzprozess werden die vorhandenen subkutanen Risse geöffnet, und zwar über ihre gesamte Tiefe, wobei sie sich gleichzeitig während des Ätzprozesses in lateraler Richtung erweitern. Erst diese infolge der Säurereinigung verbreiterten Risse können beim anschließenden Kollabierprozess zu Defekten im Bereich der Grenzfläche zwischen Kernstab und Quarzglas-Hohlzylinder führen, wenn sie sich nicht mehr schließen lassen. Und zwar werden die Probleme umso größer, je breiter und tiefer die Risse der Ätzstruktur sind, je höher die

Viskosität der Oberfläche beim Kollabieren ist und je kürzer die Kollabierdauer ist. Da dickwandige Quarzglas-Zylinder mit Außendurchmessern von mehr als 100 mm beim Kollabieren im Bereich ihrer Innenbohrung in der Regel eine geringeren Viskosität aufweisen als dünnwandigere Zylinder, treten die mit einer nicht mehr aufschmelzenden Ätzstruktur einhergehenden Problem verstärkt bei dickwandigen Quarzglas-Zylindern auf. Bei größeren Spaltweiten zwischen Quarzglas-Hohlzylinder und Kernstab besteht eher die Möglichkeit des Aufschmelzens von Defekten der Innenoberfläche vor dem Kontakt mit dem Kernstab als bei geringen Spaltweiten. Diese vielfältigen Bedingungen für das Auftreten oder das Ausbleiben von Defekten in Vorformen und Fasern infolge mechanischer Bearbeitung und Ätzen von Quarzglas-Zylindern sind vermutlich die Ursache dafür, dass diese Problematik bisher nicht erkannt wurde.

Wie erwähnt, könnten die ungünstigen Auswirkungen der Ätzstruktur auf die Vorform- und Faserqualität zwar auch durch geeignete Heißprozesse, wie zum Beispiel durch ein sehr langsames Kollabieren, reduziert werden, jedoch ist eine im Hinblick auf die Vermeidung von Oberflächenfehlern optimierte Innenoberfläche unter Berücksichtigung der Kosten, welche Heißprozesse verursachen, vorzuziehen.

Es hat sich somit gezeigt, dass nicht in erster Linie die Oberflächenrauigkeit ein entscheidendes Kriterium für die Eignung des Zylinders für das RIC-Verfahren ist, sondern die infolge des Ätzprozesses durch Aufweitung der vorhandenen oberflächennahen Risse erzeugte Ätzstruktur. Erfindungsgemäß liegt daher das Hauptaugenmerk nicht auf der Oberflächenrauigkeit, sondern zum einen auf der Minimierung subkutaner Risse im Bereich der Innenbohrung des Quarzglas-Zylinders, welche infolge der mechanischen Bearbeitung entstehen und zum anderen darin, eine Erweiterung der Risse infolge eines abschließenden Ätzprozesses auf einen Maximalwert zu beschränken, so dass sie auch im Falle ungünstiger Bedingungen beim Kollabierprozess (niedrige Temperatur, rascher Kollabivorgang, geringe Spaltweite) ausreichend aufschmelzen und Defekte an der Grenzfläche zwischen Quarzglas-Hohlzylinder und Kernstab verhindert oder vermindert werden.

Die entscheidenden Kriterien sind die Risstiefe und die Rissbreite in der Ätzstruktur nach dem Ätzprozess. Nach der mechanischen Bearbeitung dürfen in der In-

nenwandung des Quarzglas-Zylinders keine Risse verbleiben, die tiefer als 2,0 mm sind und gleichzeitig darf nach dem Ätzen die erhaltene Ätzstruktur keine Risse aufweisen, die breiter als 100 µm sind.

- 5 Aus den vorstehenden Erläuterungen ergibt sich bereits, dass unter einem mechanisch auf Endmaß gearbeiteten Zylinder im Sinne dieser Erfindung ein Zylinder zu verstehen ist, dessen Innenoberfläche mechanisch auf Endmaß bearbeitet wurde und der anschließend durch Ätzen gereinigt wird. Gleichmäßige Ätzprozesse bewirken keine Änderung der geometrischen Endform des Hohlzylinders (beispielsweise eine Biegung oder eine Ovalität im Querschnitt).

- 10 Eine besonders hohe Qualität der Grenzfläche zwischen Hohlzylinder und Kernstab wird erreicht, wenn die Ätzstruktur Risse aufweist, die maximal eine Tiefe von 1,0 mm und maximal eine Breite von 50 µm aufweisen, vorzugsweise bei einer Ätzstruktur mit Rissen, die maximal eine Tiefe von 0,5 mm und maximal eine Breite von 20 µm aufweisen.

- 15 Andererseits machen sich besonders kleine und schmale Risse der Ätzstruktur, deren Beseitigung oder Vermeidung mit besonders hohem Zeit- und Kostenaufwand verbunden ist, auch bei ungünstigen Bedingungen beim Kollabierprozess nicht mehr negativ bemerkbar. Daher hat es sich aus Kostengründen als vorteilhaft erwiesen, nicht versuchen zu wollen, Risse vollständig zu vermeiden oder zu beseitigen, sondern eine Ätzstruktur zuzulassen, die Risse mit einer Tiefe von mindestens 30 µm und mit einer Breite von mindestens 5 µm aufweist.

Vorzugsweise weist der erfindungsgemäße Quarzglas-Zylinder einen Außendurchmesser von mindestens 150 mm auf.

- 25 Die oben beschriebenen Maßnahmen hinsichtlich der Ätzstruktur machen sich insbesondere beim Einsatz großvolumiger Hohlzylinder mit Außendurchmessern von mindestens 150 mm positiv bemerkbar. Denn großvolumige Quarzglas-Zylinder lassen sich im Allgemeinen beim Kollabieren weniger gut durchheizen und weisen daher im Bereich ihrer Innenbohrung eine vergleichsweise hohe Viskosität auf, welche die mit einer nicht mehr aufschmelzenden Ätzstruktur einhergehenden Probleme verstärkt.
- 30

Hinsichtlich des Verfahrens wird die oben angegebene technische Aufgabe ausgehend von einem Verfahren der eingangs genannten Gattung erfindungsgemäß dadurch gelöst, dass die mechanische Bearbeitung des Quarzglas-Zylinders mehrere aufeinanderfolgende Abtragsvorgänge mit sukzessiv geringerer Abtragtiefe umfasst, wobei nach dem letzten Abtragsvorgang die Innenbohrung subkutane Risse mit einer Tiefe von maximal 2 mm aufweist, und dass die Innenbohrung anschließend einer Ätzbehandlung unterzogen wird, derart, dass sich ein Ätzabtrag mit einer Tiefe von maximal 50 µm ergibt.

Durch die mechanische Bearbeitung der Oberfläche der Innenbohrung entstehen zwangsläufig Risse. Die Risstiefe wird durch wiederholte Schleif- und Polier oder Honschritte sukzessive soweit vermindert, dass die Risstiefe bei maximal 2 mm liegt. Die gemäß der Erfindung tolerierbare Risstiefe ermöglicht den Einsatz von Hohlzylindern, die einer weniger aufwändigen mechanischen Bearbeitung ihrer Innenwandung bedürfen und die deshalb vergleichsweise kostengünstig hergestellt werden können.

Nach Abschluss der mechanischen Bearbeitung des Quarzglas-Zylinders weist die Oberfläche der Innenbohrung somit geschlossene Risse auf, deren Tiefe maximal 2 mm beträgt. Infolge des anschließenden Ätzvorgangs werden diese Risse geöffnet. Die Risstiefe ändert sich dabei nicht, jedoch die Rissbreite. Diese ist etwa doppelt so groß wie die Ätzabtrag in der Fläche. Bei einem Ätzabtrag von maximal 50 µm in der Fläche ergibt sich somit eine Ätzstruktur mit Rissen einer maximalen Rissbreite von etwa 100 µm.

Hinsichtlich der vorteilhaften Wirkung einer derartigen Ätzstruktur auf die Qualität der Grenzfläche zwischen Quarzglas-Zylinder und Kernstab nach dem Kollabieren des Hohlzylinders in einem RIC-Verfahren wird auf die obigen Erläuterungen zum erfindungsgemäßen Quarzglas-Zylinder verwiesen.

Eine besonders gute Qualität der Grenzfläche zwischen Hohlzylinder und Kernstab wird erhalten, wenn sich durch die Ätzbehandlung ein Ätzabtrag mit einer Tiefe von maximal 25 µm, vorzugsweise ein Ätzabtrag mit einer Tiefe von maximal 10 µm ergibt.

Infolge eines derartigen Ätzabtrages in der Fläche ergibt sich eine maximale Aufweitung der vorhandenen Risse in lateraler Richtung von 50 μm bzw. von 20 μm .

Vorzugsweise ergibt die Ätzbehandlung einen Ätzabtrag mit einer Tiefe von mindestens 2,5 μm .

- 5 Eine weitere Verbesserung der Grenzflächenqualität ergibt sich, wenn die Ätzbehandlung einen ersten Ätzschritt in Flusssäure-haltiger Ätzlösung, und einen zweiten Ätzschritt in einer Salpetersäure-haltigen Ätzlösung umfasst.

10 Infolge des ersten Ätzschrittes in Flusssäure-haltiger Ätzlösung kommt es zu einem Abtrag der SiO_2 -Oberfläche, so dass die vorhandenen Risse geringfügig erweitert werden. Der zweite Ätzschritt in einer Salpetersäure-haltigen Ätzlösung führt nicht zu einem weiteren Abtrag der SiO_2 -Oberfläche, sondern zu einer Lösung vorhandener Verunreinigungen. Die vorangegangene Riss-Erweiterung fördert den Angriff der salpetersäurehaltigen Ätzlösung im Bereich der Risse.

- 15 Es hat sich als vorteilhaft erwiesen, die Ätzbehandlung mit einer mittleren Ätzrate von maximal 3 $\mu\text{m}/\text{min}$ durchzuführen.

Eine geringe Ätzrate von weniger als 3 $\mu\text{m}/\text{min}$ erleichtert die Einhaltung eines vorgegebenen Ätzabtrages, insbesondere, wenn dieser selbst klein ist. Vorzugsweise liegt die mittlere Ätzrate bei maximal 1 $\mu\text{m}/\text{min}$, besonders bevorzugt bei maximal 0,1 $\mu\text{m}/\text{min}$.

- 20 Der erfindungsgemäße Quarzglas-Zylinder wird bevorzugt zur Herstellung einer Vorform für eine optische Faser in einem RIC-Verfahren eingesetzt, indem der Zylinder auf einen Kernstab aufkollabiert und gleichzeitig unter Bildung der Vorform elongiert wird.

- 25 Gleichermaßen bevorzugt ist eine Verwendung des erfindungsgemäßen Quarzglas-Zylinders zur Herstellung einer optischen Faser in einem RIC-ODD-Verfahren, indem der Zylinder auf einen Kernstab aufkollabiert und gleichzeitig unter Bildung der Faser elongiert wird.

Nachfolgend wird die Erfindung anhand eines Ausführungsbeispiels und einer Patentzeichnung näher beschrieben. Es zeigen im Einzelnen:

- Figur 1** in schematischer Darstellung ein Profil einer feuerpolierten Glasoberfläche mit anfänglichen Rissen bei fortschreitender Ätzung,
- Figur 2** ein Aufnahme der Oberfläche eines erfindungsgemäßen Quarzglas-Zylinders nach einer mechanischen Bearbeitung,
- 5 **Figur 3** ein Aufnahme der Oberfläche des Quarzglas-Zylinders von Figur 2, nach einem Ätzvorgang in HF-haltiger Ätzlösung von 1 min und
- Figur 4** ein Aufnahme derselben Oberfläche wie in Figur 3, nach einem Ätzvorgang in HF-haltiger Ätzlösung von 50 min.

10 Es wird zunächst die Herstellung eines Quarzglas-Zylinders nach dem OVD-Verfahren beschrieben. Hierzu werden auf einem um seine Längsachse rotierenden Träger durch Hin- und Herbewegung einer Reihe von Abscheidebrennern schichtweise Sootpartikel abgeschieden, wobei den Abscheidebrennern SiCl_4 zugeführt und in einer Brennerflamme in Gegenwart von Sauerstoff zu SiO_2 oxidiert und hydrolysiert wird. Nach Beendigung des Abscheideverfahrens und Entfernen

15 des Trägers wird ein Sootrohr erhalten, das einer Dehydratationsbehandlung unterworfen und dabei in vertikaler Ausrichtung in einen Dehydratationsofen eingebracht und bei einer Temperatur im Bereich von 850 °C bis etwa 1000 °C in einer chlorhaltigen Atmosphäre behandelt wird. Die Behandlungsdauer beträgt etwa sechs Stunden.

20 Das so behandelte Sootrohr wird anschließend in einem Verglasungssofen bei einer Temperatur im Bereich um 1350 °C unter Bildung eines rohrförmigen Quarzglas-Rohlings aus synthetischem Quarzglas verglast, dessen Außenwandung mittels NC-Umfangsschleifer, der mit einem #80 Schleifstein bestückt ist, grob geschliffen wird. Die Innenbohrung wird mittels einer Honmaschine bearbeitet,

25 wobei der Politurgrad fortlaufend verfeinert wird, indem die Honleisten ausgewechselt werden. Die Endbehandlung erfolgt mit einer #800 Honleiste mit einem Abtrag von ca. 60 µm. Die Aufnahme von Figur 2 zeigt die so bearbeitete Oberfläche der Innenwandung, auf die weiter unten noch näher eingegangen wird.

30 Das Rohr wird anschließend in einer Flusssäure-Ätzlösung geätzt. In dieser Ätzlösung stellt sich bei Raumtemperatur eine Ätzrate von etwa 1 µm/min ein. Die ma-

ximale Oberflächenrauigkeit R_{\max} im Bereich im Bereich der Innenwandung liegt danach bei $3,5 \mu\text{m}$, und im Bereich der Außenwandung bei $77 \mu\text{m}$.

Infolge der mechanischen Bearbeitung von Quarzglasoberflächen durch Schleifen oder durch Honen wird nicht nur Material entfernt, sondern es werden auch oberflächennahe, subkutane Risse erzeugt. Da derartige Risse sehr eng sind, gibt es keine störungsfreie Methode für deren Bestimmung; weder durch Oberflächenrauigkeitsmessungen, noch durch optische Messmethoden, lassen sich derartige oberflächennahen Risse quantitativ charakterisieren.

Die einzige, jedoch nicht zerstörungsfreie Methode besteht darin, die oberflächennahen Rissen durch Ätzen der Oberfläche sichtbar zu machen. Daher wird an einem Teilstück des Rohres in einem separaten Versuch die Tiefe der vorhandenen subkutanen Oberflächenrisse ermittelt, indem das Rohrstück solange in 68%-iger Flußsäure geätzt wird, bis der Rissgrund optisch oder mittels Oberflächenrauigkeitsmessgerät erfassbar ist. Die Ergebnisse dieser Risstiefenmessungen sind in Spalte 2 von Tabelle 1 zusammengefasst.

Figur 1 zeigt eine aus der Literatur bekannte schematische Darstellung der Formänderung eines Risses in einer feuerpolierten Oberfläche mit zunehmender Ätzdauer. Das dargestellte Profil zeigt schematisch bei der Position „0“ (Ätzdauer = 0 Minuten) einen von der Oberfläche beginnenden Riss bestimmter Tiefe. Nach einer Ätzdauer von 2 Minuten hat sich der Riss geringfügig erweitert und an seiner Mündung zur Oberfläche einen leichten Krater gebildet. Die Risstiefe hat sich jedoch nicht verändert, ausgehend von der neuen, nunmehr etwas tiefer liegenden Oberfläche. Mit zunehmender Ätzdauer von 4, 8, 30 bzw. 45 Minuten zeigt sich eine deutlich zunehmende Verbreiterung des Risses, ohne dass dessen Tiefe durch das Ätzen zunimmt. Die seitlichen Begrenzungswandungen des Risses werden aber mit etwa doppelter Geschwindigkeit abgetragen, wie die plane Oberfläche. Daher nimmt die Rissbreite mit der Ätzdauer zu, wohingegen der Rissgrund mit der gleichen Ätzrate vertieft wird, wie die plane Oberfläche, so dass die Risstiefe in erster Näherung unverändert bleibt. Mit zunehmender Ätzdauer nimmt das Rissprofil daher eine sphärische Form an.

Die fotografische Aufnahme von **Figur 2** zeigt die Oberfläche einer geschliffenen und - wie weiter oben für das Quarzglasrohr beschrieben - gehonte Quarzglasprobe. Auf der Oberfläche sind trotz des feinkörnigen Poliermittels Schleifspuren zu erkennen. Abgesehen von den Schleifspuren erscheint die in **Figur 2** gezeigte Oberfläche jedoch glatt; die mittlere Oberflächenrauigkeit R_a beträgt etwa 0,1 μm .

Die Definition der Oberflächenrauigkeit R_a ergibt sich aus EN ISO 4287, die Messbedingungen aus EN ISO 4288 oder EN ISO 3274, je nachdem, ob die Oberfläche der Messprobe wie hier durch Schleifen und Honnen (nicht periodisches Oberflächenprofil) oder durch Drehen (periodisches Oberflächenprofil) endbearbeitet ist.

Das Ergebnis einer 1-minütigen Ätzung der so bearbeiteten Oberfläche in einer 68%-igen HF-Lösung zeigt **Figur 3**. In dieser Aufnahme sind immer noch die Schleifspuren als schwache Linien zu sehen, wobei durch die Ätzbehandlung auch Schleifspuren erkennbar geworden sind, die in der vorherigen Aufnahme nicht oder kaum sichtbar waren. Zusätzlich dazu und besonders augenfällig sind nunmehr jedoch auch Risse erkennbar geworden, die in der Aufnahme der ungeätzten Oberfläche nicht zu sehen sind. Die Oberfläche ist mit Rissen übersät, die eng verteilt und unabhängig vom Verlauf der Schleifspuren vorkommen. Die Risse haben nach der Ätzbehandlung eine Breite von 7 μm . Anhand eines separaten Ätzversuches wurde festgestellt, dass die Risttiefe unterhalb von 1 mm liegt. Die mittlere Oberflächenrauigkeit R_a beträgt bei der geätzten Oberfläche - gemessen mittels eines Oberflächenrauigkeitsmessgerätes - etwa 0,5 μm .

Risse mit einer derartigen Tiefe und Breite in der Innenwandung eines Quarzglaszylinders können beim Aufkollabieren auf den Kernstab in einem RIC-Verfahren noch geschlossen werden, ohne dass besondere Maßnahmen im Hinblick auf eine besonders geringe Viskosität der Innenwandung erforderlich sind.

Eine deutliche Verschlechterung der Oberflächenqualität ergibt sich jedoch, wenn die Ätzdauer auf 50 Minuten verlängert wird, wie die Oberflächenaufnahme von **Figur 4** zeigt. Die mittlere Rissbreite der Risse liegt nach dieser Ätzbehandlung

nunmehr bei 140 µm. Die Risstiefe kann mittels eines üblichen Oberflächenrauheitsmessgerätes einfach ermittelt werden.

5 Zur Ermittlung des Einflusses der Art und Weise einer Behandlung der Innenwandung eines Quarzglas-Zylinders auf die Qualität der in einem RIC-Verfahren erhaltenen Grenzfläche zwischen dem Zylinder und einem darin eingesetzten Kernstab werden Quarzglas-Zylinder mit unterschiedlich behandelter Innenbohrung (siehe Tabelle 1) hergestellt und in einem RIC-Verfahren eingesetzt, das im Folgenden näher beschrieben wird.

10 In einen Quarzglas-Hohlzylinder mit der in Tabelle 1 angegebenen Qualität der Innenbohrung wird jeweils ein Kernstab eingesetzt und darin fixiert. Die Kernstäbe werden jeweils mittels MCVD-Verfahren durch Abscheidung von SiO₂-Mantel- und Kernglasschichten auf der Innenwandung eines Substratrohres hergestellt. Um Kernglasstäbe mit besonders geringem OH-Gehalt (< 1 Gew.-ppb) zu erhalten, werden wasserstofffreie Ausgangssubstanzen eingesetzt, wobei die Abscheide-
15 zone mittels eines das Substratrohr umgebenden, elektrisch beheizten Ringofens erhitzt wird, der in Richtung der Längsachse des Substratrohrs bewegt wird.

Der Zylinder hat bei allen Versuchen einen Außendurchmesser von 150 mm und einen Innendurchmesser von 60 mm, und der Durchmesser des Kernstabs beträgt jeweils 58 mm.

20 Der Verbund aus Hohlzylinder und Kernstab wird in vertikaler Orientierung von oben einem elektrisch beheizten Ofen mit einer vorgegebenen Vorschubgeschwindigkeit zugeführt und darin zonenweise auf eine Temperatur im Bereich zwischen 2000 °C und 2400 °C erhitzt, wobei aus dem erweichten Bereich eine Vorform abgezogen wird. Der Vorschub ist in allen Fällen gleich und die Abzugsgeschwindigkeit wird so geregelt, dass der Solldurchmesser der Vorform von
25 85,0 mm ± 0,5 mm erhalten wird. Die übrigen Verfahrensparameter werden nicht verändert, wobei insbesondere die Ziehtemperatur zu nennen ist. Im Ringspalt zwischen Kernstab und Hohlzylinder von 1 mm wird jeweils ein Vakuum im Bereich zwischen 2 kPa und 10 kPa aufrecht erhalten.

30 Die Qualität der Grenzfläche zwischen dem Kernbereich der Vorform und dem durch den Hohlzylinder beigesteuerten Mantelglas wird mikroskopisch untersucht,

wobei insbesondere auf langgezogene Blasen entlang der Grenzfläche geachtet wird. Außerdem wird die Faserfestigkeit der aus den Vorformen erhaltenen Fasern gemessen, indem diese um 1% ihrer Anfangslänge gedehnt werden, und die mit der Herstellung des Quarzglas-Zylinders verbundenen Kosten werden abgeschätzt. Die dabei erhaltenen qualitativen Ergebnisse sind in den drei letzten Spalten von Tabelle 1 aufgeführt, wobei das Symbol „++“ für „sehr gut“, „+“ für „gut“ und „-“ für schlecht steht.

Die in Spalte 5 der Tabelle angegebene Zugfestigkeit der Faser spiegelt die Reinheit der Grenzfläche wider. Partikel im Bereich der Grenzfläche zwischen dem vom Kernstab stammenden Quarzglas und dem Mantelglas können die Faserfestigkeit beeinträchtigen. Durch ein Ätzen des Zylinders vor dem RIC-Prozess lässt sich die Reinheit in jedem Fall verbessern. Bei den Versuchen gemäß Tabelle 1 wurde ein Ätzabtrag in HF-haltiger Lösung von etwa 1 µm/min eingestellt. Allerdings ist beim Ätzevorgang die Beschaffenheit der Oberfläche infolge der vorangegangenen mechanischen Bearbeitung zu berücksichtigen. Der in Spalte 3 von Tabelle 1 angegebene Ätzabtrag in der Fläche führt etwa zu einer zahlenmäßig doppelt so großen Rissbreite. Werden die vorhandenen subkutanen Risse durch das Ätzen soweit erweitert, dass Rissbreiten von mehr als 100 µm entstehen, so schlägt sich dies in einer Verschlechterung der Grenzflächenqualität nieder. Dies zeigen die Versuche 10 und 11, bei denen infolge eines Ätzabtrages von jeweils 100 µm eine Rissbreite von 200 µm erzeugt wurde, im Vergleich zu den bei den Versuchen 4 und 5 mit etwa der halb so großen Abtragstiefe erhaltenen, besseren Grenzflächenqualität. Durch eine besonders aufwändige mechanische Bearbeitung können zwar subkutane Risse minimiert werden, der dafür erforderliche Aufwand ist jedoch wirtschaftlich nicht zu vertreten, wie die Proben Nr. 9 und Nr. 12 nahelegen.

Tabellè 1

Nr.	Bearbeitung der Hohlzylinder-Innenwandung		Qualität der Grenzfläche	Faser-Zugfestigkeit	Kosten
	Maximale Risstiefe durch mechanische Bearbeitung [mm]	Abtrag durch Ätzbehandlung (= ½ x Rissbreite) [µm]			
1	3	0	+	-	++
2	2	0	+	-	++
3	1	0	+	-	+
4	2	40	+	+	++
5	2	30	++	+	++
6	2	20	++	+	++
7	1	40	++	+	+
8	1	20	++	+	+
9	0,025	20	++	++	-
10	1	100	-	+	+
11	2	100	-	+	+
12	0,025	100	++	++	-

- 5 Aus den Daten von Tabelle 1 ergibt sich somit, dass ungünstige Ergebnisse sowohl bei einer groben als auch bei einer sehr feinen mechanischen Bearbeitung der Hohlzylinder-Innenbohrung erhalten werden, jedoch auch bei einem ausbleibendem oder bei einem langen Ätzprozess.

Patentansprüche

1. Quarzglas-Zylinder für die Herstellung eines optischen Bauteils, der eine Innenbohrung aufweist, welche mechanisch auf Endmaß bearbeitet und infolge einer der mechanischen Bearbeitung folgenden Ätzbehandlung mit einer Ätzstruktur versehen ist, dadurch gekennzeichnet, dass die Ätzstruktur Risse aufweist, die maximal eine Tiefe von 2,0 mm und maximal eine Breite von 100 µm aufweisen.
2. Quarzglas-Zylinder nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Ätzstruktur Risse aufweist, die maximal eine Tiefe von 1,0 mm und maximal eine Breite von 50 µm aufweisen.
3. Quarzglas-Zylinder nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Ätzstruktur Risse aufweist, die maximal eine Tiefe von 0,5 mm und maximal eine Breite von 20 µm aufweisen.
4. Quarzglas-Zylinder nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Ätzstruktur Risse mit einer Tiefe von mindestens 30 µm und mit einer Breite von mindestens 5 µm aufweist.
5. Quarzglas-Zylinder nach einem der vorhergehenden Ansprüche, gekennzeichnet durch einen Außendurchmesser von mindestens 150 mm.
6. Verfahren zur Herstellung eines eine Innenbohrung aufweisenden Quarzglas-Zylinders nach einem der Ansprüche 1 bis 5, indem die Innenbohrung des Quarzglas-Zylinders mechanisch auf Endmaß bearbeitet und anschließend einer Ätzbehandlung unterzogen wird, dadurch gekennzeichnet, dass die mechanische Bearbeitung mehrere aufeinanderfolgende Abtragsvorgänge mit sukzessiv geringerer Abtragtiefe umfasst, wobei nach dem letzten Abtragsvorgang die Innenbohrung subkutane Risse mit einer Tiefe von maximal 2 mm aufweist, und dass die Innenbohrung anschließend einer Ätzbehandlung unterzogen wird, derart, dass sich ein Ätzabtrag mit einer Tiefe von maximal 50 µm ergibt.

7. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Ätzbehandlung einen Ätzabtrag mit einer Tiefe von maximal 25 μm ergibt.
8. Verfahren nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass die Ätzbehandlung einen Ätzabtrag mit einer Tiefe von maximal 10 μm ergibt.
- 5 9. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Ätzbehandlung einen Ätzabtrag mit einer Tiefe von mindestens 2,5 μm ergibt.
- 10 10. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Ätzbehandlung einen ersten Ätzschritt in Flusssäure-haltiger Ätzlösung, und einen zweiten Ätzschritt in einer Salpetersäure-haltigen Ätzlösung umfasst.
11. Verfahren nach einem der Ansprüche 6 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass die Ätzbehandlung mit einer mittleren Ätzrate von maximal 3 $\mu\text{m}/\text{min}$ durchgeführt wird.
- 15 12. Verfahren nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, dass die mittlere Ätzrate maximal 1 $\mu\text{m}/\text{min}$ beträgt.
13. Verfahren nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, dass die mittlere Ätzrate maximal 0,1 $\mu\text{m}/\text{min}$ beträgt.
- 20 14. Verwendung eines Quarzglas-Zylinders nach einem der vorhergehenden Ansprüche 1 bis 5 zur Herstellung einer Vorform für eine optische Faser in einem RIC-Verfahren, indem der Zylinder auf einen Kernstab aufkollabiert und gleichzeitig unter Bildung der Vorform elongiert wird.
- 25 15. Verwendung eines Quarzglas-Zylinders nach einem der vorhergehenden Ansprüche 1 bis 5 zur Herstellung einer optischen Faser in einem RIC-ODD-Verfahren, indem der Zylinder auf einen Kernstab aufkollabiert und gleichzeitig unter Bildung der Faser elongiert wird.

Zusammenfassung

5

Quarzglas-Zylinder für die Herstellung eines optischen Bauteils sowie Verfahren für seine Herstellung

10

15

20

Um einen bekannten Quarzglas-Zylinder für die Herstellung eines optischen Bauteils, der eine Innenbohrung aufweist, welche mechanisch auf Endmaß bearbeitet und infolge einer der mechanischen Bearbeitung folgenden Ätzbehandlung mit einer Ätzstruktur versehen ist, dahingehend zu verbessern, dass bei seinem Einsatz zur Herstellung von Vorformen und optischen Fasern wenig Blasen entlang der Grenzfläche zwischen Kern und Mantel entstehen, wird erfindungsgemäß vorgeschlagen, dass die Ätzstruktur Risse aufweist, die maximal eine Tiefe von 2,0 mm und maximal eine Breite von 100 µm aufweisen. Ein Verfahren zur Herstellung eines derartigen mechanisch auf Endmaß bearbeiteten Quarzglas-Zylinders zeichnet sich dadurch aus, dass die mechanische Bearbeitung mehrere aufeinanderfolgende Abtragvorgänge mit sukzessiv geringerer Abtragtiefe umfasst, wobei nach dem letzten Abtragvorgang die Innenbohrung subkutane Risse mit einer Tiefe von maximal 2 mm aufweist, und dass die Innenbohrung anschließend einer Ätzbehandlung unterzogen wird, derart, dass sich ein Ätzabtrag mit einer Tiefe von maximal 50 µm ergibt.

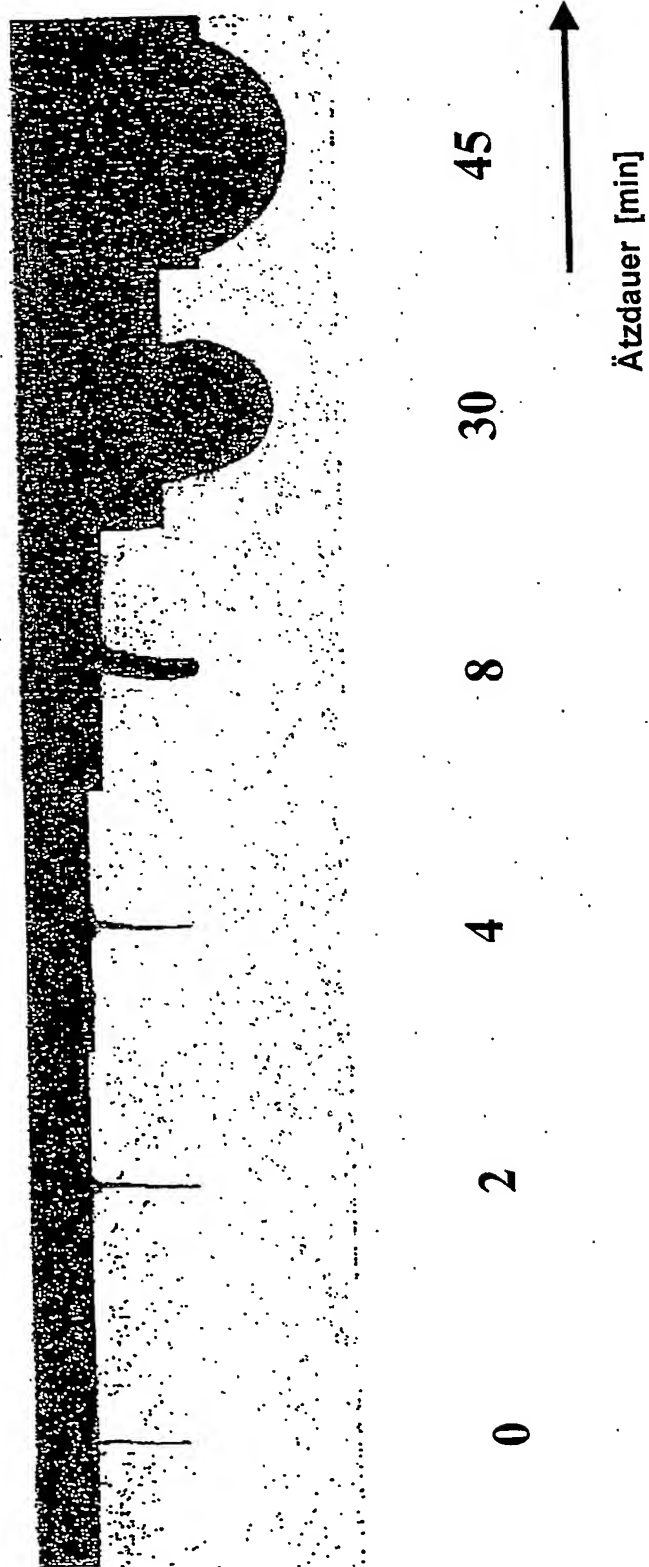
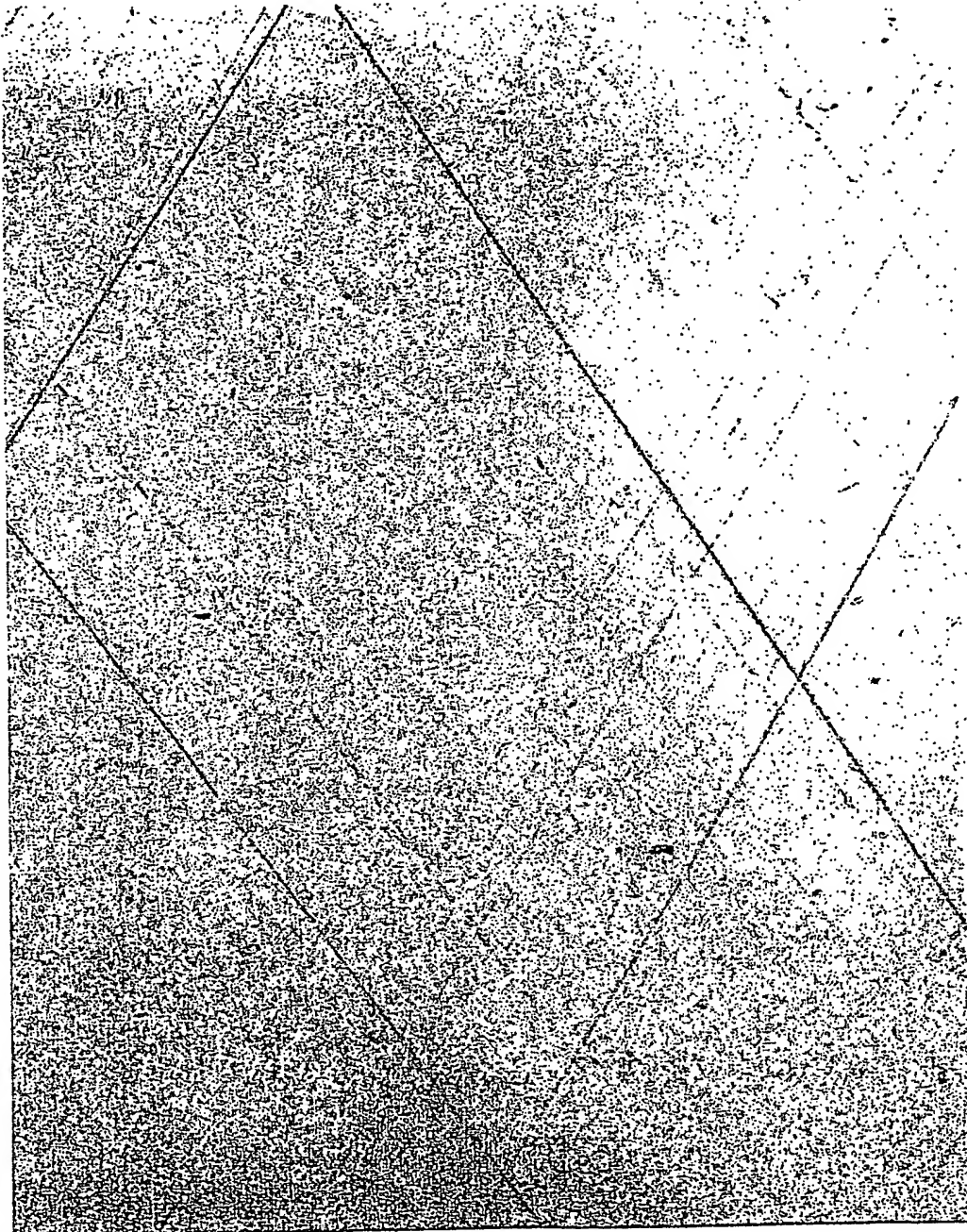


Fig. 1

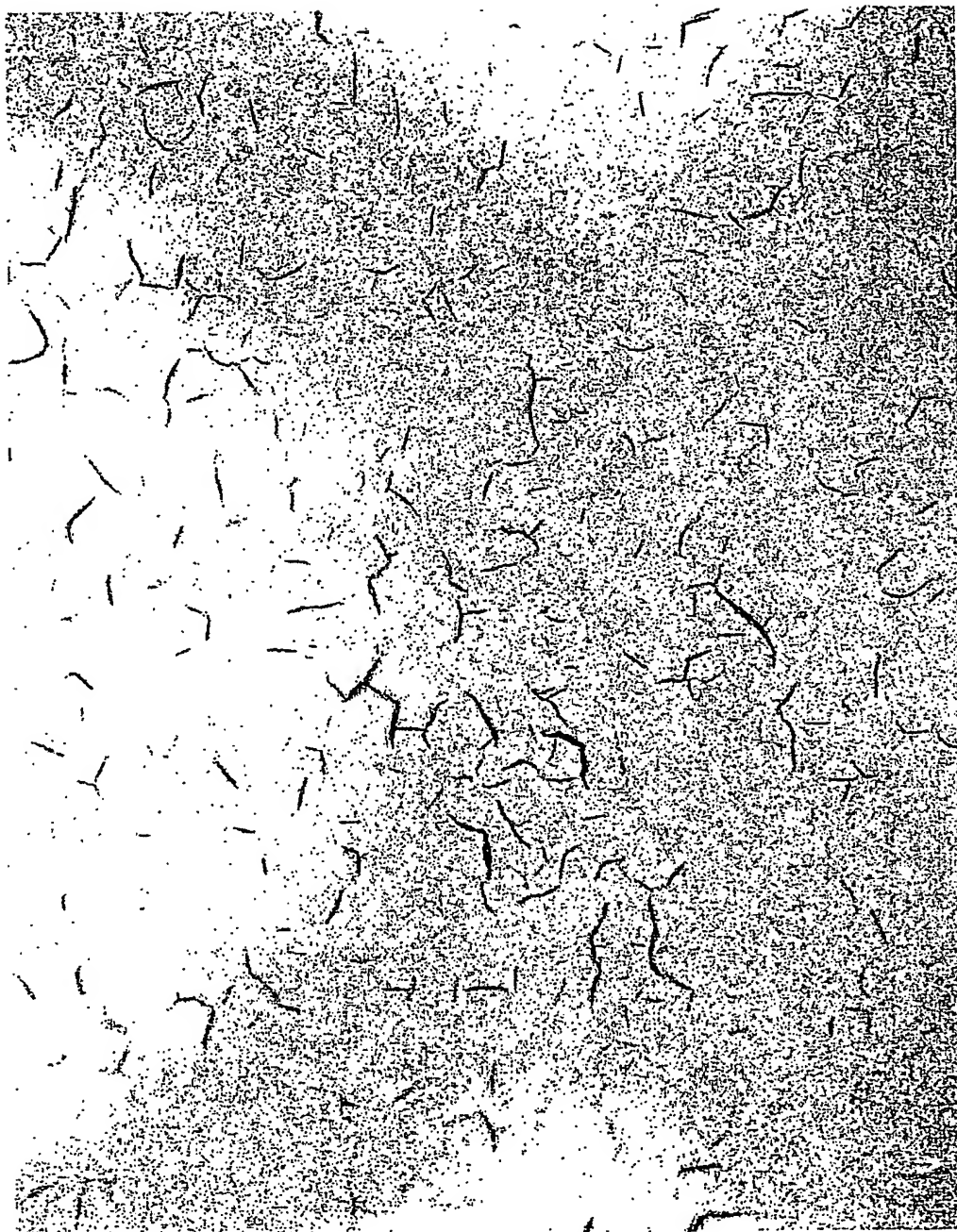
BEST AVAILABLE COPY



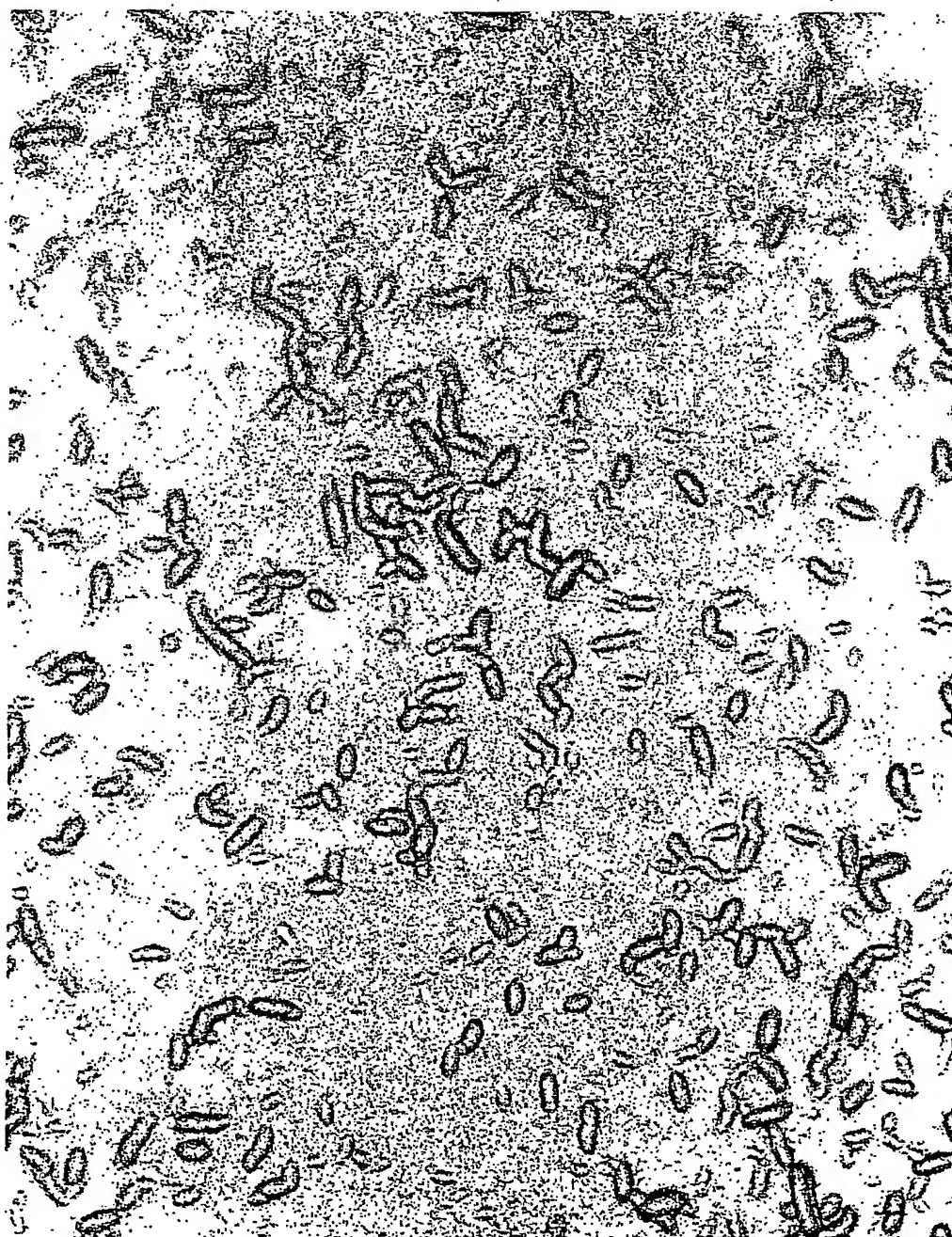
BEST AVAILABLE COPY

Fig. 2

BEST AVAILABLE COPY

**Fig. 3**

BEST AVAILABLE COPY

**Fig. 4**